

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 02-020505

(43)Date of publication of application : 24.01.1990

(51)Int.Cl. C08F 8/04

(21)Application number : 63-255720

(71)Applicant : AZIZIAN HORMOZ

(22)Date of filing : 11.10.1988

(72)Inventor : AZIZIAN HORMOZ

(30)Priority

Priority number : 88 210408 Priority date : 23.06.1988 Priority country : US

(54) DEUTERATION OF POLYMER

(57)Abstract:

PURPOSE: To selectively add a deuterium to the ethylene series double bond of a specific elastic polymer material to enhance oxidation stability by thermally reacting the polymer material with a pressurized deuterium gas in the presence of a catalyst in an organic solvent.

CONSTITUTION: (A) A polymer material selected from among polybutadiene, polyisoprene, acrylonitrile-(styrene-) butadiene copolymer, and styrene-butadiene (-styrene block) copolymer and (B) a pressurized deuterium gas are thermally reacted together in the presence of (C) a catalyst [e.g. $[(C_6H_5)_3P]_3RhCl$], and if necessary, a cocatalyst [e.g. $(C_6H_5)_3P$] in an organic solvent (e.g. chlorobenzene) to selectively add the B component to the ethylene series double bond of the A component to cause deuteration so that 50-100% of the double bond is saturated.

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平2-20505

⑤ Int. Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成2年(1990)1月24日

C 08 F 8/04

MGB

7311-4J

審査請求 未請求 請求項の数 10 (全9頁)

⑭ 発明の名称 ポリマーの重水素化

⑰ 特 願 昭63-255720

⑱ 出 願 昭63(1988)10月11日

優先権主張 ⑳ 1988年6月23日㉑ 米国(US)㉒ 210,408

⑲ 発 明 者 ホーモツ アジジアン カナダ国 エル5エー 3エツクス1, オンタリオ, ミシ
ソーガ, カネフ クレツセント 3620, ナンバー 1210

㉓ 出 願 人 ホーモツ アジジアン カナダ国 エル5エー 3エツクス1, オンタリオ, ミシ
ソーガ, カネフ クレツセント 3620, ナンバー 1210

㉔ 代 理 人 弁理士 岡部 正夫 外6名

明 細 書

1. 発明の名称 ポリマーの重水素化

2. 特許請求の範囲

1. ビニルモノマーと1, 3-共役ジエンの弾性付加コポリマーに於て、ポリマー骨格およびコポリマー中に組み込まれているジエンユニットからの側鎖エチレン系二重結合の約50パーセント乃至約100パーセントを飽和する様に前記コポリマーが選択的に重水素化されていることを特徴とするコポリマー。
2. 更に前記ビニルモノマーが、アクリロニトリル、スチレンおよびそれらの混合物からなる群から選ばれることを特徴とする請求項1記載のコポリマー。
3. 更に前記1, 3-共役ジエンが、ブタジエン、イソブレン、および天然ゴムからなる群から選ばれることを特徴とする請求項1記載のコポリマー。
4. 更に前記コポリマー中の1, 3-共役ジエ

ンのパーセントが、少なくとも約40モルパーセントであることを特徴とする請求項1記載のコポリマー。

5. エチレン系二重結合の約50パーセント乃至約100パーセントが重水素添加により飽和されることを特徴とする選択的重水素化ポリブタジエン。
6. エチレン系二重結合の約50パーセント乃至約100パーセントが重水素添加により飽和されることを特徴とする選択的重水素化ポリイソブレン。
7. 請求項4記載のコポリマーから作られることを特徴とする加硫生成物。
8. ポリブタジエン、ポリイソブレン、アクリロニトリル-ブタジエンコポリマー、スチレン-ブタジエンコポリマー、スチレン-ブタジエン-スチレンブロックコポリマー、およびアクリロニトリル-スチレン-ブタジエンコポリマーからなる群から選ばれた弾性重合体材料のエチレン系二重結合に重水素を選択

付加する工程を含み更に前記エチレン系二重結合の約50パーセント乃至約100パーセントが飽和されることを特徴とする弾性ポリマーの製造方法。

9. 更に選択的重水素付加が、前記弾性ポリマー材料を触媒を含む適当な有機溶媒中の溶液中で加圧重水素ガスの存在下で加熱することによって実施されることを特徴とする請求項8記載の製造方法。

10. 更に前記触媒が $RhCl[P(C_6H_5)_3]_3$ および $P(C_6H_5)_3$ 助触媒を含むことを特徴とする請求項9記載の製造方法。

クコポリマー (SBS)、およびアクリロニトリル-スチレン-ブタジエンコポリマー (ABS) の各種組成物の選択的水素添加の特殊方法が、米国特許第4,337,329号 [久保その他 (Kubo et al.)]、および第4,464,515号 [レンベルその他 (Rempel et al.)] および英国特許第1,558,491 [オッペルトその他 (Oppelt et al.)] によって例証されている。

最近の高度技術における発展は、また高温での酸化安定性のある潤滑剤への要求を創り出している。このような材料の開発にとらわれている1つの接近法は、「重水素同位元素効果」に基づいており、即ちC-H結合に比べてC-D結合の解離エネルギーが大きいことに基づいた方法である。重水素化潤滑剤に関する研究の結果が、海軍研究所 (Naval Research Laboratory, NRL) のNRL報告書B779号 (1983年12月30日刊行) の「高温度重水素化潤滑剤：添加剤、メカニズムおよび方法」 ("High-Temperature Deuterated Lubricants: Additives, Mechanisms, and

3. 発明の詳細な説明

本発明は、酸化安定性が強化された新規の重水素化弾性ポリマーおよびコポリマー組成物、およびそれらの製造方法に係るものである。

採油ボーリングおよび自動車工業用エラストマーの要求物性が、空気、石油およびその他の腐蝕性媒体の存在において高温作業性に耐えられるように振がっていることに対応するために、高度飽和ニトリルエラストマー (HSN) を製造するためのアクリロニトリル-ブタジエンゴム (NBR) の水素添加のための多くの方法が開発されている。通常のNBRに比べてHSNによって与えられるより大きな化学安定性および高温および低温へのより良い抵抗性が、十分に証換づけられており、多くのエラストマー例えばサーバン (THERBAN) バイエル社、ゼトポール (ZETPOL) 日本ゼオン社およびトルナック (TORNAC) ポリザー社等が商業的に生産されている。

NBR、スチレン-ブタジエンコポリマー (SBR)、スチレン-ブタジエン-スチレンブロッ

Methods) 論文によって発表された。ペンタエリスツールテトラヘキサノエートのようなエステル潤滑剤は、少なくとも水素原子の約80パーセントを重水素で置換されることで、著しく酸化安定性が改良されることが見出された。

現在、ポリ (1,3-ジエン) および1,3-共役ジエンとビニルモノマーの弾性コポリマーに重水素を付加して前記HSNの重水素飽和同族体を生成することが、未処理または水素添加ポリマーに比べて酸化抵抗性を著しく増大することになることが見出されている。本発明によるポリマーにおいては、この酸化抵抗性の著しい増大が二重結合への重水素の添加で達成されている。

エチレン系不飽和ゴムポリマーは、比較的小さな不飽和度を有している。上記に関連して最も高度に不飽和のエチレン系不飽和ゴムまたはエラストマーの最高に不飽和度の高いポリマーは、各 $[-CH_2-CH=CH-CH_2-]$ (1,4-付加による骨格二重結合) または $[CH_2-CH-CH-CH_2-]$ 繰返しユニッ

ト(1, 2-付加からの側鎖二重結合)等の繰返しユニットに対する1個の不飽和結合を含むポリブタジエンである。重水素化では、2個の重水素原子が繰返しユニット中に存在する6個の水素原子に加わって重水素化ポリマーを与え、この重水素化ポリマーでは水素と重水素原子の合計数の僅か25原子パーセントが重水素である。このことは、エステルをベースにした潤滑剤中の少なくとも約80%の水素が重水素で置換されて、はじめて酸化安定性が著しく増大するという以前の発見と、対照をなしている。

以下に詳細に述べられる実験結果は、62パーセントブタジエンを含むNBR型ゴムに対して重水素化した組成物以上に重水素化物の酸化抵抗性が実質的に改良されていることを示しており、これは僅か4.3重量パーセントの重水素に対応するものである。本発明が対応しているエラストマーの中で最も不飽和度の高いポリブタジエンにおいては、オレフィン結合の飽和が6.9重量パーセント重水素を付加結合している。

係わっており、ここではエチレン系二重結合の約50乃至約100パーセントが重水素によって飽和されている。

更に別の特徴では、本発明は重水素がポリブタジエン、ポリイソブレン、アクリロニトリル-ブタジエンコポリマー、スチレン-ブタジエンコポリマー、スチレン-ブタジエン-スチレンブロックコポリマーおよびアクリロニトリル-スチレン-ブタジエンコポリマーからなる群から選ばれた弾性重合体材料のオレフィン系二重結合に選択的に付加されている弾性ポリマーを製造する方法である。重水素は、弾性重合体材料のオレフィン系二重結合の約50乃至約100パーセントが飽和されるまで加えられる。

本発明による重水素化組成物は、共役ジエンの天然または合成ホモポリマーまたはコポリマーの重水素化によって製造することができる。これらのポリマーまたはコポリマーは、骨格中にエチレン系不飽和結合を含んでおりまたは組み込まれたジエンユニットから誘導される側鎖を含んでい

る。本発明による重水素化ポリマーおよびコポリマーの特別に有利な点は、これらの重水素化ポリマーおよびコポリマーを既存の水素添加装置を用いて下記に示すように改良された酸化抵抗性を有するエラストマーを得るように製造することができることである。

改良された酸化抵抗性を有する合成ゴムを供給する観点から、本発明はその特徴の1つにおいて、ビニルモノマーと1, 3-共役ジエンの弾性付加コポリマーを選択的に重水素化して、ポリマー構造中に組み込まれているジエンユニット中のエチレン系二重結合の約50パーセント乃至約100パーセントを飽和させることができる。より好ましい具体例では、ブタジエンとアクリロニトリルおよびまたはスチレンとのコポリマーが選択的に重水素化されて、重水素化NBR、SBR、SBSまたはABS-型エラストマーを与えることができる。

別の特徴では、本発明は選択的に重水素化されたブタジエンおよびイソブレンのホモポリマーに

る。重水素の経済的な使用法と、エチレン系二重結合の実質的に全部が重水素で飽和される製品の製造に関しては、好ましくは均質反応で重水素化を実施すべきであり、ここでは通常の水素原子触媒と重水素化されるポリマーが溶媒に溶解されて、典型的にはオートクレーブ中で、重水素ガスにより加圧反応する。一般的には、不均質触媒系は、製品の耐候性が極大になる100パーセント飽和度を達成することができない。

本発明に従ってエラストマーを製造するために重水素化される不飽和ポリマーは、共役ジエンの弾性ホモポリマーまたは適当な共役ジエンと適当なビニルモノマーの弾性コポリマーである。このようなコポリマーは、ランダム、交互またはブロックコポリマーであることができる。適当な共役ジエンは、C₄〜C₆共役ジエン、例えばブタジエンおよびイソブレンを含んでいる。適当なビニルモノマーは、アクリロニトリルおよびメタクリロニトリル、スチレンおよびメチルスチレン、アクリル酸およびメタクリル酸およびそれらの低級ア

ルキルエステル、およびビニルエステル例えば酢酸ビニル等である。

抗酸化性ゴムのような実用的応用面で使用するためには、本発明によるポリマーは、合成ゴム技術においてよく知られている適当な方法を用いてコンパウンド化、強化および加硫されることができる。特にNBRゴムに関連するこのような方法の有用な検討が、「ニトリル エラストマー」(“Nitrile Elastomers”)という題目でバンダービルト ラバー ハンドブック(Vanderbilt Rubber Handbook)の169-187頁に記載されており、それらの例証がニトリルゴムの加工方法および応用方法に関する教示としてここでも参考とされている。

エチレン系不飽和ゴムまたはエラストマーは、一般にガasket、化学装置のライニング、タイヤおよび類似品用に使用されるが、これら使用場面においてこれらのゴム材料が化学的作用または老化、例えば酸化によって破損しやすいものである。このようなエチレン系不飽和基を有するポリ

方法が水素添加に有効であると示されているそれら材料の水素添加に用いることができる。以下の諸特許の開示は、本発明の範囲内と理解される水素添加誘導体に対応する、エチレン系不飽和エラストマーの水素添加に関連している。

米国特許第3,700,637号[フィンチ(Finch)]は、ブタジエンまたはイソブレンとアクリロニトリルまたはメタクリロニトリルの実質的交互弾性コポリマーを、水素添加触媒として化学式 $(R_3E)_3RhX$ (ここで、Xはハロゲン(好ましくはClまたはBr)、EはPまたはAs、Rは1乃至20のC原子および単に芳香族不飽和性を有する有機グループである)の均質ロジウムハライド錯体を用いる水素添加法を記載している。

米国特許第3,898,208号[クロース(Krause)]は、残留不飽和基を含む共役ジエンの非油溶性ポリマー、例えばスチレン-ブタジエンコポリマー、の膨潤剤中のポリマー分散ラテックスにトリス(トリフェニル)クロロロジウムのような均質水素添加触媒存在下で水素を供給す

マーのゴムを化学的作用および老化に対して抵抗性を持たせるには、水素添加によるのが宜しいことはよく知られている。例えば、ラバー ワールド(Rubber World)、190巻、2号、36-47頁にある「高度飽和ニトリル-新規の高温耐熱性、化学抵抗性エラストマー」

(“Highly saturated nitrile - a new high temperature, chemical resistant elastomer”)と称する項目を参考例とすることができる。最も予期しなかった事であるが、重水素化ポリマーの酸化抵抗性が水素化ポリマーで得られる酸化抵抗性よりも著しく増加していることであり、これは重水素化潤滑剤に関する以前の海軍研究所研究によっては連想できない程に顕著な酸化抵抗性増大であることが、見出されている。

前述したように、水素添加に均質触媒システムを用いる方法は、本発明による重水素化材料を製造するのに好適に用いられるが、同じく水素添加に用いられる既知の不均質触媒システムおよび方法もまた、このような不均質触媒システムおよび

ることによる水素添加方法を記載している。

英国特許第1,558,491号(バイエル社)は、 α 、 β -不飽和カルボン酸またはその誘導体と共役二重結合を有する不飽和炭化水素、例えばアクリロニトリル-ブタジエンとのコポリマーの溶液中で水素添加する方法を記述しており、ここでは触媒として1価または3価ロジウムハライド錯体および助触媒として錯体の結合配位子、例えば $[(C_6H_5)_3P]_3RhCl$ 触媒と $(C_6H_5)_3P$ 助触媒を使用している。

米国特許第4,337,329号、第4,384,081号、および第4,452,951号[久保およびその他(Kubo et al.)]は、共役ジエンポリマー、特にポリイソブレンおよび天然ゴム、ポリブタジエン、NBR、およびSBRの水素添加に不均質触媒システムを用いることを記載している。

米国特許第4,464,515号および第4,503,196号[レンベルおよびその他(Rempel et al.)]は、共役ジエンと共重合できる

モノマーのコポリマー、例えばブタジエンとスチレンのブロックコポリマー中の $C=C$ 結合を有するコポリマー溶液での選択的水素添加に有用な触媒/助触媒システムを記載している。

英国特許出願公告第2, 070, 023A [ジョンソン マティー アンド カムパニー (Johnson Matthey & Company)] は、不飽和有機材料、例えばABS-型コポリマーの水素添加用触媒システムおよび水素添加方法を記載している。

米国特許第4, 452, 950号 [ワイドマン (Wideman)] および前記の第3, 898, 208号は、ラテックス形状で不飽和ゴムを水素添加する方法を記載している。ポリイソブレン、ポリブタジエン、SBR、NBR、天然ゴム、ブタジエン-イソブレンコポリマーまたはイソブレン-イソプレンコポリマー等のゴムが、選択的に水素添加されうる。

上述の米国特許第3, 700, 637号、第3, 898, 208号、第4, 337, 329

0, 2gおよび助触媒 $P(C_6H_5)_3$ 2.0gを加えた。オートクレーブを閉じて、再び N_2 を5分間溶液中を通したオートクレーブが D_2 ガスで5分間1.38MPaに加圧された。次に圧を抜いてから、再び3.45MPaに加圧した。攪拌を開始して、混合物を150℃に加熱し反応を進めさせた。

実験中にサンプルを取り出して、 1H NMRで炭素-炭素二重結合の飽和度を分析した。不飽和炭素-炭素二重結合の完全な重水素化が、約5時間で実現した。最終生成混合物を同量のアセトンで希釈して、イソプロパノール(4000ml)で分離した。生成物を傾斜取得し、更にイソプロパノール(3×500ml)で洗浄して減圧下50℃で乾燥した。

最終生成物の 1H NMRは、炭素-炭素二重結合が100%重水素添加されたことを示した。そして $^{13}C(^1H)$ NMR、IRはポリマー中に存在するニトリル基の重水素化が起っていないことを示していた。IRスペクトルはまた生成物中の重水素組み込み

号、第4, 384, 081号、第4, 452, 951号、第4, 464, 515号、第4, 503, 196号、および第4, 452, 950号、英国特許第1, 558, 491号および英国特許出願公告第2, 070, 023A号は、ビニルモノマーと1, 3-共役ジエンとの弾性付加コポリマーの水素添加用各種方法の開示のための参考例として、ここでは組み込まれている。

実施例

(1) 重水素化方法

アクリロニトリル-ブタジエンコポリマー、パーブナン(PERBUNAN) N3810 [バイエル社 (Bayer Co.)] の50gが、不活性雰囲気(N_2 またはAr)下で1500mlのクロロベンゼン中に溶解されて、引続いて2リッターガラス内張りオートクレーブに移された。このオートクレーブの準備完了後、10分間攪拌しながら溶液中に N_2 ガスを通じた。オートクレーブが、5分間0.35MPaに加圧された。圧を抜いて、オートクレーブを短時間開けて、触媒 $RhCl[P(C_6H_5)_3]$ 、

を示すC-D伸縮へのシフトを示していた。

上述で示した条件よりも少量の触媒/助触媒およびより低い反応温度を使用することができた。可及的に完全な生成物の重水素化を確保するためには、より厳しい条件が選択された。

パーブナンN3810の別のサンプル50gが、同じ製造法を使用して、 D_2 の代わりに H_2 を使って水素添加された。再び、スペクトル測定によって、炭素-炭素二重結合の100パーセント水素添加が達成されて、ニトリル基の還元が起らなかったことが確認された。

下記第1表は、炭素-炭素二重結合を含む各種ポリマー/コポリマーが重水素原子パーセント条件で重水素化され、その結果得られた生成物中の重水素重量パーセントを示している。重水素水準は反応時間および反応条件を変えることで変化することができるが、未処理ポリマーに比べて物性上の測定し得る改良値を得るには、少なくとも理論量の約50パーセント水準まで重水素化が行われる必要がある。

第 1 表

ポリマー/コポリマー	重水素化 パーセント	O/H + D %	D 量 %
パーブナン N38 10 62%ブタジエン含有アクリロニトリル- ブタジエン コポリマー	100	29	4.3
アメルポール (AMERPOL) 1502, B. F. グッドリッチ (Goodrich) -76%ブタジエン 含有スチレン-ブタジエン コポリマー	100	19	5.8
クラトン (KRATON) 1101, シェル (Shell) 61%ブタジエン含有スチレン- ブタジエン-スチレン ブロック コポリマー	100	17	5.5
シス-ポリブタジエン	100	25	6.9
天然ゴム	85	17	4.8

第 2 表

ポリマー	100.0
N 5 5 0 カーボン	50.0
酸化マグネシウム ^{a)}	10.0
酸化亜鉛	5.0
ステアリン酸	1.0
置換ジフェニルアミン ^{b)}	2.67
2-マーキャプトトリルイミダゾール ^{c)}	2.0
1:2 ポリブタジエン (65%) ^{d)}	10.0
パーオキサイド ^{e)}	8.5
a) マグライト K-ホワイタッカー (Maglite K-Whittaker)、クラーク ダニエル (Clark & Daniels)	
b) エージライト・スーパーフレックス (Agerite Superflex) G (75%有効分) - バンダービルト (Vanderbilt)	
c) バノックス (Vanox) M T I -バンダービルト	
d) リコン (Ricon) 1 5 3 D -コロラド化学スベ シャリティース社 (Colorado Chemical Specialties Inc.)	

ジエン/ビニルモノマーコポリマーにおいては、最終加硫物の物性に最大の影響を与えるポリマー物性は、ビニルモノマーの含量である。一般的な基準としては、ポリマー単位の少なくとも40パーセントがジエンでなければならず、これによって加硫物が物理性状でエラストマーとなりゴムとして有用となる。

(ii) コンパウンディング (混練り) および 物理試験

重水素化 N B R と水素化 N B R サンプルが上述のように製造され、次に第2表で示したベース処方を用いて6×12ゴム練り機で混練りされた。材料の分子鎖が完全飽和しているのも、これらサンプルはラジカルメカニズムで架橋結合された。第2表に示したようにパーオキサイド助剤を用いて、架橋結合が達成された。

e) バノックス D B P H - 5 0 -バンダービルト (iii) 酸化的老化抵抗性

空気老化が、ASTM D-573-81の「空気オープン中のゴム変質」(“Rubber-Deterioration in an Air Oven”)方法に従って実施された。パーオキサイド加硫物が、2種類の温度、即ち150℃と160℃で老化試験をされた。重水素化および水素化 N B R の未老化および150℃と160℃での老化サンプルに対する物理試験結果が、第3表および第4表に要約されている。

第 3 表 (150 ℃)

老化時間	0		168		480		720	
	D-NBR	H-NBR	D-NBR	H-NBR	D-NBR	H-NBR	D-NBR	H-NBR
硬 度 ^{a)}	80	76	88	87	89	90	92	92
同変化 ^{b)}	0	0	+8	+11	+9	+14	+12	+16
100%モジュラス、MPa	7.7	7.4	10.2	10.8	-	-	-	-
同変化、%	0	0	+136	+154	-	-	-	-
引張り強さ、MPa	20.8	25.1	25.2	24.8	24.4	26.1	23.0	24.5
伸 度、%	220	300	150	145	95	100	70	75
同変化、%	0	0	-32	-52	-57	-67	-68	-75

注. a) ショアー硬度試験A型タイプ2, 5秒読み

b) 元の硬度からの変化

第 4 表 (160 ℃)

老化時間	0		24		48		72		120		216	
	D-NBR	H-NBR	D-NBR	H-NBR	D-NBR	H-NBR	D-NBR	H-NBR	D-NBR	H-NBR	D-NBR	H-NBR
硬 度 ^{a)}	80	76	85	81	88	83	88	86	90	88	90	88
同変化 ^{b)}	0	0	+5	+5	+8	+7	+8	+10	+10	+12	+10	+12
100%モジュラス、MPa	7.7	7.4	14.0	13.4	16.0	15.7	16.7	16.6	19.2	19.1	20.2	20.0
同変化、%	0	0	+82	+81	+107	+112	+116	+124	+149	+158	+162	+170
引張り強さ、MPa	20.8	25.1	26.1	28.0	25.4	27.8	26.2	25.4	25.8	27.3	23.3	25.9
同変化、%	0	0	+25.5	+11.5	+22	+10.7	+26.0	+1	+24	+7	+12	+3
伸 度、%	220	300	190	220	170	195	175	170	150	155	125	135
同変化、%	0	0	-13.6	-26.6	-22.7	-35	-20.5	-43	-32.0	-48	-43	-55

注. a) ショアー硬度試験A型タイプ2, 5秒読み

b) 元の硬度からの変化

パーオキサイト加偏物の150℃および160℃で空気老化試験後における伸度保持性は、第3表および第4表の「パーセント変化」に対応して、それぞれ第1図および第2図に示した。これらの第1図および第2図から判るように、重水素化NBRサンプルは150℃および160℃の両方において優れた高温抵抗性を示している。

重水素化NBR (D-NBR) と水素化NBR (H-NBR) の間の違いは、160℃でより大きく表われている。例えば160℃では水素化NBRが約40時間後に元の伸度の30%を失っているが、重水素化NBRの似たような伸度減少は老化120時間後にのみ初めて表われている。老化216時間後に、重水素化NBRは極限伸度の43%減となったが、水素化NBRでは55%減であった。これらのデータは、重水素化NBRの酸化安定性における本質的な増大が、水素化NBRよりも遙かに優れていることを表わしている。全体的にみて、重水素化NBRは、これらの促進老化試験条件に対し、少なくとも水素化

NBRより少なくとも2倍の耐久性を示している。

重水素化および水素化NBR両者とも、優れたオゾン抵抗性を示した。もし標準試験時間が延長されるならば、重水素化NBRはまた水素化NBRよりもオゾンに対してより超時間耐久できることになる。しかしながら、加熱老化試験で観察される顕著な改良は、重水素化NBRがこれまで使用されているよりも遙かに広範な熱抵抗性能を有する新規な特殊エラストマーであることを示している。

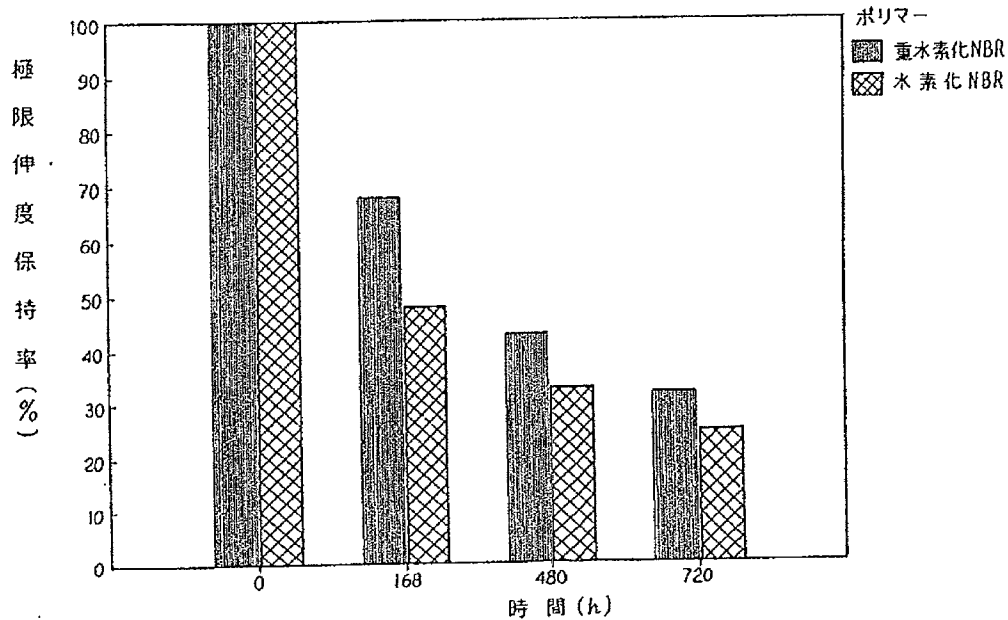
4. 図面の簡単な説明

第1図は150℃での重水素化NBRと水素化NBRサンプルの極限伸度パーセントを比較した棒グラフである。

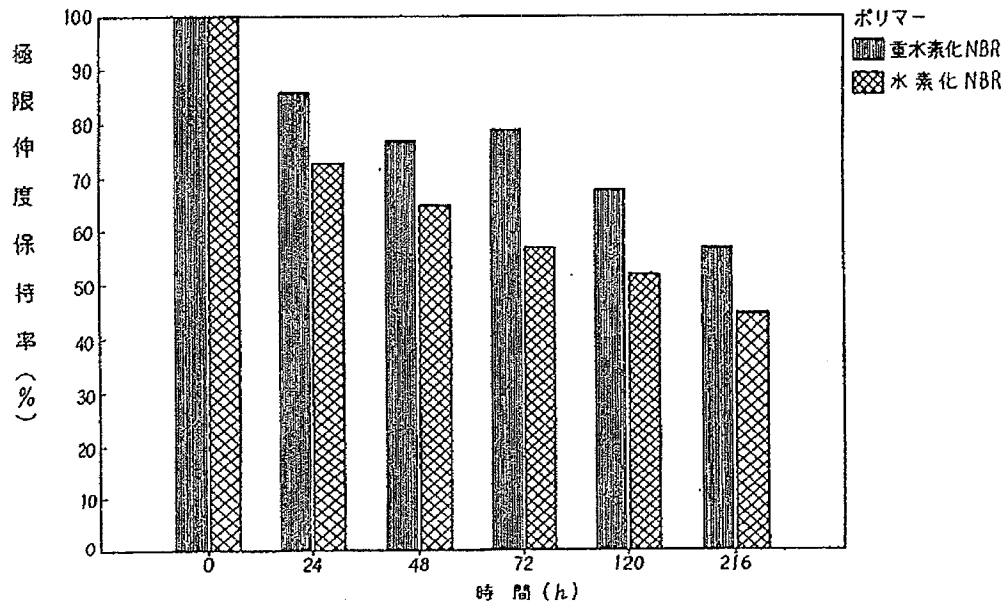
第2図は160℃での重水素化NBRと水素化NBRサンプルの極限伸度パーセントを比較した棒グラフである。

図面の浄書(内容に変更なし)

第1図 重水素化NBRと水素化NBRの空気老化(150℃)



第2図 重水素化NBRと水素化NBRの空気老化(160°C)



手続規則第13条第1項(方式)

別紙の通り、図面1通を提出致します。

平成1年3月2日

特許庁長官 吉田文毅殿

1. 事件の表示 昭和63年特許願第255720号

2. 発明の名称 ポリマーの重水素化

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住所 カナダ国 エル5エー 3エックス1, オンタリオ,
ミシソーガ, カネフ クレツセント 3620,
ナンバー 1210

氏名 ホーモツ アジジアン

4. 代理人

〒100

住所 東京都千代田区丸の内3-2-3, 富士ビル 602号室
電話 (213) 1561 (代表)

氏名 (6444) 弁護士 岡部正夫

5. 補正命令の日付 昭和64年 1月 6日
(発送日: 平成 1年 1月31日)

6. 補正の対象 「図面」

7. 補正の内容 別紙のとおり
図面の番号内容に変更なし

